第 51 卷 第 9 期 2015 年 9 月 第1038-1048页
金属学报 ACTA METALLURGICA SINICA
Vol.51 No.9 Sep. 2015 pp.1038-1048

定向凝固DD6单晶高温合金枝晶组织均匀性研究*

王玉敏 李双明 钟 宏 傅恒志

(西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 西安 710072)

摘 要 采用一次枝晶间距、最小生成树(minimum spanning tree, MST)、Voronoi多边形、FFT以及RO-XRD和EBSD等方法, 研究了DD6单晶高温合金枝晶分布的均匀性. 结果表明: DD6单晶高温合金一次枝晶平均间距为325.7 μm, 变化率7.38%. Voronoi多边形法给出的最近邻枝晶个数对应在5.87~5.93, 所占比例变化率超过30%; 另外, MST的枝干长度变化也比较明显, 达到26.95%, 不同位置处的FFT频谱也不同, 说明实验中选晶法获得的DD6单晶高温合金组织均匀性有待于进一步提高. 上述结果也表明, 定向凝固单晶高温合金枝晶生长是一个动态调整的过程, 通过测量一次枝晶间距结合Voronoi多边形和MST法可量证枝晶生长过程的变化程度, 而通常采用一次枝晶平均间距来衡量凝固过程稳定性是不充分的. 对选晶法获得的DD6单晶高温合金择优取向与轴向(*Z*轴)之间的偏离角进行了测量, 发现其值在10°以内, EBSD测试的结果比RO-XRD相应结果大, 这是由于RO-XRD在计算偏离角时选用了强度最大值所对应的衍射峰所致.

关键词 镍基单晶高温合金, 组织均匀性, 一次枝晶, 偏离角

中图法分类号 TG292 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)09-1038-11

EVALUATION OF THE UNIFORM DISTRIBUTION OF DENDRITIC MICROSTRUCTURE IN DIRECTIONALLY SOLIDIFIED SINGLE-CRYSTAL DD6 SUPERALLOY

WANG Yumin, LI Shuangming, ZHONG Hong, FU Hengzhi

State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072

Correspondent: LI Shuangming, professor, Tel: (029)88493264, E-mail: lsm@nwpu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.51323008), Fundamental Research Funds for the Central Universities (No.3102014JCQ01021) and Fund of State Key Laboratory of Solidification Processing in NWPU (No.101-QP-2014)

Manuscript received 2015-01-12, in revised form 2015-05-21

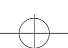
ABSTRACT Homogeneous distribution of primary dendritic arm spacing (PDAS) is required to achieve uniform mechanical properties in final product of single-crystal superalloys. In this work, the dendrite characterization and orientation of Ni-based single-crystal DD6 superalloy have been deeply investigated using different methods, which include minimum spanning tree (MST), Voronoi polygon- based approach, fast Fourier transform (FFT), as well as EBSD and RO-XRD. The investigation results indicate that the mean PDAS of DD6 superalloy is about 325.7 μm and its variation ratio is 7.38%. The measured Voronoi polygon parameters suggest that the number of nearest-neighbor dendrite ranges from 5.87 to 5.93, approximating six nearest neighbors in the spatial distribution of dendrite microstructures. However, the change in ratio of six nearest number proportion has exceeded 30% for the twenty specimens. The MST method shows that the change in branch length measured from the twenty specimens achieves 26.95%. Also, the analysis results of FFT imply that the dendrite microstructures of DD6 superalloy evolve apparently. These results give the proof that the dendrite microstructures of DD6 superalloy vary with

*国家自然科学基金项目51323008, 中央高校基本科研业务费专项基金3102014JCQ01021及凝固技术国家重点实验室(西北工业大学)自主研究课题101-QP-2014资助

收到初稿日期: 2015-01-12, 收到修改稿日期: 2015-05-21

作者简介: 王玉敏, 男, 1990年生, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00035



the solidified distance. Additionally, the deviation angles between preferential orientations of DD6 with the axial direction of specimen were measured by EBSD and RO-XRD, respectively. The deviation angle values of DD6 superalloy in this experiment are both within 10°. The reason for the deviation angle measured by RO-XRD being smaller is well explained due to the fact of selecting the diffraction intensity maximum angles. Furthermore, the EBSD results indicate that the orientations of DD6 superalloy prepared by grain selector can be well controlled along the *Z*-axial direction, but do not work in other two *X* and *Y* directions.

KEY WORDS Ni-based single-crystal superalloy, microstructure uniformity, primary dendrite, deviation angle

高温合金因具有较好的室温及高温强度、良好的组织稳定性、抗氧化性和抗热腐蚀性能, 以及优异的抗疲劳和蠕变综合性能, 成为航空发动机和火箭发动机等高温部件的关键材料[1]. 高温合金的研究不仅与航空航天发动机等国防尖端技术有着密切的关联, 而且还关乎能源动力、交通运输、核工业等国民经济相关产业的发展, 因此高温合金已成为衡量一个国家材料发展水平的重要标志之一[2,3]. 同时, 高温合金发展与航空发动机的进步密切相关, 目前国内外先进航空发动机的工作叶片已经使用单晶高温合金.

DD6单晶高温合金是我国自行研制的第2代单晶高温合金, 因其含Re量低而具有成本优势, 同时其拉伸性能和抗蠕变断裂性能与国外第2代单晶高温合金相当[4]. DD6单晶高温合金在定向凝固制备过程中, 凝固组织一般都为枝晶组织, 枝晶是由于合金非平衡凝固中固/液界面失稳造成的, 受凝固工艺控制, 因此评估合金凝固枝晶组织均匀性也是评估凝固工艺的稳定性和可靠性.

目前对单晶高温合金枝晶组织均匀性研究主要集中在枝晶间距方面[5,6], 因为高温合金枝晶间距与性能之间存在较大的关联, 已成为联系工艺-组织-性能这3者间的一个不可或缺的桥梁. 如Lamm和Singer[7]研究表明, 减小一次枝晶间距可以提高高温合金的疲劳寿命. 枝晶间距也会对元素偏析、缩松缩孔、雀斑形成有重要影响[8]. 除此之外, 单晶高温合金具有显著的各向异性, [100], [110]和[111] 3种不同取向合金的弹性模量存在差别, 其中以[100]取向的单晶组织综合性能最佳[9].

通常对枝晶间距测量采用截线法或面积法[10,11]来获得枝晶的平均间距, 如果多次测量的平均间距越集中, 说明枝晶分布越均匀. 这种测量方法有其合理的地方, 给出了枝晶平均间距大小和大概的分布范围. 但其缺点也非常明显, 一是将最大枝晶间距过滤掉了, 而最大枝晶间距给溶质元素偏析和枝晶间第二相、共晶相以及缩松出现提供了场所, 也是疲劳裂纹最容易出现的场合[12]; 二是枝晶平均间距给不出合金中枝晶排列有用信息, 因此利用枝晶平均间距来判断和评价枝晶组织的均匀性是不充分的, 枝晶组织均匀性如何判断以及采用何种方法来评价就成了一个问题.

针对常规枝晶平均间距测量方法的不足, 本工作借助于其它研究方法, 如最小生成树(minimum spanning tree, MST)、Voronoi多边形、Fourier变换(fast Fourier transform, FFT)方法来综合研究单晶高温合金枝晶组织分布的均匀性, 同时也采用旋转定向法(rotation orientation X-ray diffraction, RO-XRD)和电子背散射衍射(EBSD)对DD6枝晶取向分布进行研究, 旨在建立判定枝晶组织生长方向和晶体取向2个方面均匀性的途径. 另外选择单晶高温合金作为研究对象, 一是为了避免不同晶粒的位向对枝晶间距造成的影响; 二是单晶高温合金对组织均匀性有较高的要求[13]. 上述研究不仅对单晶高温合金凝固组织控制有一定的意义, 而且也有助于更加深入认识定向凝固工艺过程.

1 实验方法

实验选取的材料为第2代镍基单晶高温合金DD6[14], 其化学成分(质量分数, %)为: Cr 4.3, Co 9.0, Mo 2.0, W 8.0, Ta 7.5, Re 2.0, Hf 0.1, Al 5.6, Nb 0.5, Ni余量. DD6采用选晶法制备, 浇注温度为1560 ℃, 抽拉速率是6 mm/min. 将制备的长度为120 mm, 直径为16 mm的圆柱形试棒沿纵截面等间距切割成20份, 并依次标记No.1~ No.20, 如图1所示. 然后对样品进行相应的磨抛处理, 采用5 mL HNO_3+10 mL HF+15 mL $C_3H_8O_3$腐蚀液处理样品, 用Lecia DM4000M金相显微镜(OM)进行横截面组织观测, 使用OLS4000控制软件测量枝晶间距. 实验样品经过切割、研磨、机械抛光, 用体积为72% C_2H_5OH+8% $HClO_4$+20% $C_4H_9OCH_2CH_2OH$电解液进行电解抛光后, 采用SUPRA 55型扫描电镜(SEM)附带的EBSD装置进行取向测试. 随后采用Channel 5软件进行取向分析. 此外, RO-XRD测量偏离角所用的设备为改进的D/max2400 X射线衍射仪.

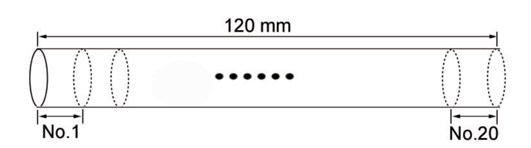


图1 DD6试棒切割示意图

Fig.1 Schematic of the specimens No.1~No.20 taken from the cylindrical ingot of single-crystal DD6 superalloy

由于枝晶间距测量是在横截面上进行, 为此对DD6单晶高温合金枝晶组织均匀性的研究也是在横截面上进行, 研究中确定横截面枝晶中心是至关重要的. 本实验使用Image J软件手动确定出横截面枝晶中心点坐标位置(x, y), 因为这种方式比自动图片处理软件确定坐标位置更加准确[15]. 实验中DD6单晶高温合金整个横截面上枝晶的个数为1700左右, 有足够数量的枝晶来反映整体横截面枝晶的分布情况, 后期实验数据的处理采用了Gauss拟合的方法, 其中Gauss函数分布[16]可描述为:

$$y_i = A_0 \exp\{-[(x_i - A_1)/A_2]^2\} \tag{1}$$

式中, x_i和y_i分别表示拟合模型数值点的横、纵坐标值; 待估计参数A_0, A_1和A_2分别为Gauss曲线的峰高、位置和峰宽信息, 3个估计参数对于后期组织均匀性的判定有重要的意义.

为了分析DD6单晶高温合金试样中枝晶组织均匀性, 首先对横截面组织运用面积法进行了一次枝晶间距测量. 面积法测量的一次枝晶平均间距仅是用局部的特征反映整体的情况, 不能完全反映出试样整体组织分布, 仍需要借助其它的分析手段. 所以针对枝晶组织均匀性研究又采用Voronoi多边形[17]、MST[18]和FFT[19]法进行分析比较. Voronoi多边形是将任意一点分别同周围多个离散点直线相连, 然后分别作直线的垂直平分线, 由这些垂直平分线相交所组成的多边形. Voronoi多边形可用于近邻分析, 得出任意枝晶中心点周围最近邻的枝晶个数, 从而确定枝晶的集中度. MST指将所有点连接起来所形成的不封闭图形, 且要保证所得生成树的总路径最小, 因此所生成的图形就能够表示将所有点连接的最小总长度. FFT是将一个函数转换为一系列周期函数来处理的过程.

一次枝晶间距能给出枝晶的平均间隔, Voronoi多边形可反映出枝晶排列的有用信息, 而MST及FFT可判断定向凝固过程中枝晶组织是否达到稳定生长, 上述方法只能对枝晶组织进行宏观的均匀性判断, 对枝晶微观晶体取向无法分析. 目前对微观的枝晶晶体取向均匀性进行研究, 主要有EBSD以及RO-XRD 2种方法[20]. 通过EBSD技术, 可得到DD6高温合金横截面的枝晶择优取向以及择优取向与横截面轴向间的夹角. 但EBSD测量的范围很小, 主要是对微区织构的测定, 而测量范围较大且统计性较好的是RO-XRD法.

2 实验结果与分析

图2是试样No.5, No.10和No.15的横截面微观组织和相应的局部放大图. 由此可看出, 横截面组织为枝晶, 枝晶在整个横截面分布密集, 边缘部分较内部枝晶排列整齐, 不同位置处的枝晶几乎看不出差别; 局部放大图中, 能看出枝晶的大小及排列有一定的不同, 有的枝晶二次枝晶臂不对称, 这是由于合金实际凝固中枝晶择优方向与热流方向不一致, 导致枝晶生长方向介于热流和择优取向之间, 使得枝晶呈不对称生长, 即枝晶轴背向固/液界面前沿一侧的二次枝晶生长将受到相邻枝晶朝向液/固界面前沿一侧二次枝晶生长的抑制, 造成二次枝晶的不对称[21].

2.1 面积法对DD6单晶高温合金一次枝晶间距测量及枝晶组织均匀性的研究

面积法测量一次枝晶间距(λ)的公式为:

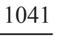
$$\lambda = c\sqrt{A/N} \tag{2}$$

式中, N表示面积A内的枝晶个数; c为常数, 通常取1[10]. 为了减少实验误差, 对横截面组织5个不同位置处测量一次枝晶间距, 然后计算平均值. 20个试样的一次枝晶间距测量值如图3所示. 结果表明, 20个试样一次枝晶间距的变化率为7.38%, 其中一次枝晶间距变化率(δ)计算式为:

$$\delta = \Delta x/\bar{x} \tag{3}$$

其中, $\bar{x}$表示均值; Δx表示极差, 有 $\Delta x = \max(x_1, x_2, \cdots, x_n) - \min(x_1, x_2, \cdots, x_n)$.

一次枝晶平均间距的确定对于定向凝固微观组织至关重要. 合金凝固理论中, 工艺参数(凝固速率和温度梯度)与微观组织就通过一次枝晶间距关联在一起, 因此一次枝晶间距可以量化制备工艺对于微观组织的影响, 从而达到控制合金性能的目的. 从图3的一次枝晶平均间距测量结果来看, DD6单晶高温合金一次枝晶平均间距为325.7 μm, 变化率7.38%, 小于10%. 可以认为, 本实验中DD6单晶高温合金凝固组织一次枝晶间距是均匀的, 因为变化率数值与测量数值相比, 小1个数量级, 因此可近似认为变化较小, 这种组织均匀性对合金的性能有



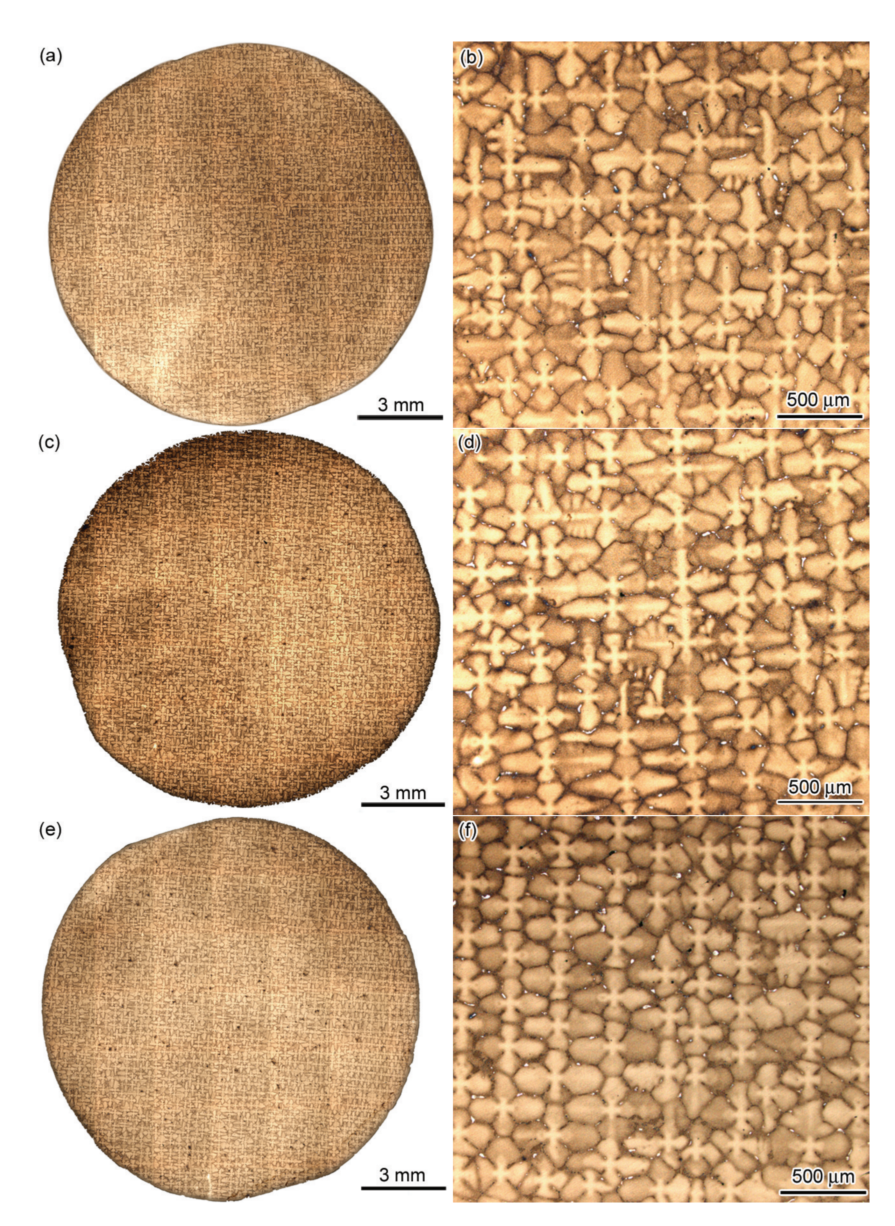


图2　试样No.5, No.10和No.15的横截面微观组织图

Fig.2　Cross-section microstructures (a, c, e) and high magnified images (b, d, f) of specimens No.5 (a, b), No.10 (c, d) and No.15 (e, f)

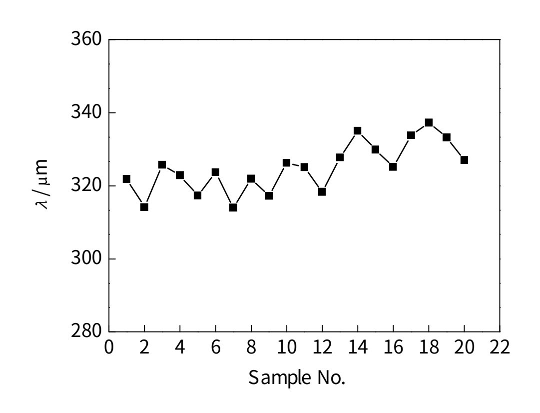


图3　DD6单晶高温合金试样一次枝晶间距

Fig.3　Primary dendrite arm spacings (λ) of specimens in directionally solidified single-crystal DD6 superalloy

积极作用[11].

2.2　Voronoi多边形对DD6单晶高温合金枝晶组织均匀性的研究

图4是试样No.5和No.10的横截面枝晶中心分布图, 相应的的微观组织见图2b和d. 由面积法测量的一次枝晶间距分别为317.3和326.2 μm, 2者相差8.9 μm, 变化很小, 由此可以认为合金凝固组织是均匀的. 根据图4枝晶中心点, 作出相应的Voronoi多边形图, 如图5所示, 其中图5右上角部分是Voronoi多边形的局部放大图, 每个封闭多边形的边数已经标出, 表示为封闭图形内部的枝晶中心周围紧邻的枝晶个数.

对图5中的周围近邻枝晶个数进行统计分析,



图4 试样No.5和No.10的横截面枝晶分布图

Fig.4 Cross-sectional dendrite centers of specimens No.5 (a) and No.10 (b)

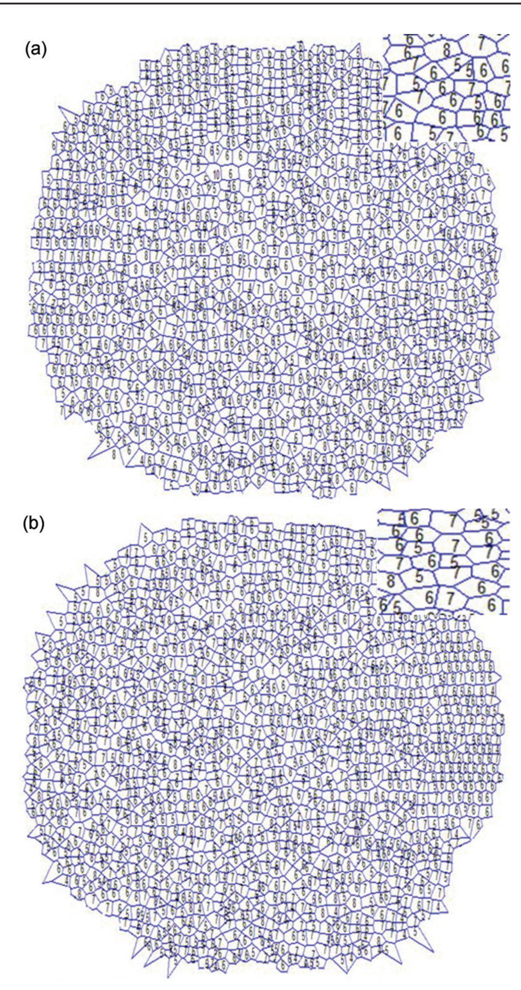


图5 试样No.5和No.10的横截面组织Voronoi多边形示意图

Fig.5 Voronoi polygons of specimens No.5 (a) and No.10 (b) (Insets show the high magnified Voronoi polygons)

获得的直方图如图6所示, 对直方图按照式(1)进行Gauss拟合, 见图6中的曲线. Gauss拟合曲线峰的位置表示整个横截面枝晶周围最近邻枝晶所占比例最大的个数, 从中可看出, 图6a中No.5试样的最近邻枝晶个数平均为5.91, 而图6b中No.10试样最近邻枝晶个数平均为5.92, 相差较小. 另外Gauss分布中峰高表示所占的比例大小, 峰值越高其近邻数所占的比例越高, 而峰宽是最近邻枝晶个数的集中度分布, 峰越宽, 表示在最近邻的枝晶个数分布越分散. No.5试样中最近邻枝晶所占比率是41.11%, No.10是45.05%, 相差不大. 如果综合20组试样, 将峰中心对应的位置以及峰高和峰宽进行对比, 可得各试样的最近邻枝晶个数、Voronoi多边形峰高和峰宽的分布, 如图7所示.

从图7a中可看出, Gauss峰最近邻枝晶个数对应在5.87~5.93之间, 变化为1.2%, 非常集中, 说明枝晶最近邻的枝晶数目是很稳定的. 但图7b中, 峰高变化从53.32到40.39, 变化率达到31.37%; 峰宽从1.00变化到1.40, 变化率也达到32.03%, 远超过10%, 这说明合金枝晶近邻数所占的比例及最近邻枝晶个数的集中度分布较为分散, 组织均匀性有待进一步改善.

2.3 MST对DD6单晶高温合金枝晶组织均匀性的研究

图8是试样No.5和No.10 MST枝干长度分布图, 曲线为Gauss拟合结果, 其中拟合回归系数R^2分别等于0.987和0.992, 拟合效果较好. 根据Gauss拟合结果获得Gauss峰对应的位置、峰宽和峰高的数值大小, 如图9所示. 其中图9a为Gauss峰中心对应的位置及树枝干平均长度分布图, 而图9b为Gauss峰对应的峰宽和峰高的数值大小图.

由图9a可见, 20组试样的平均MST枝干长度变化率为9.25%, 较为均匀. 而由图9b分析出, Gauss

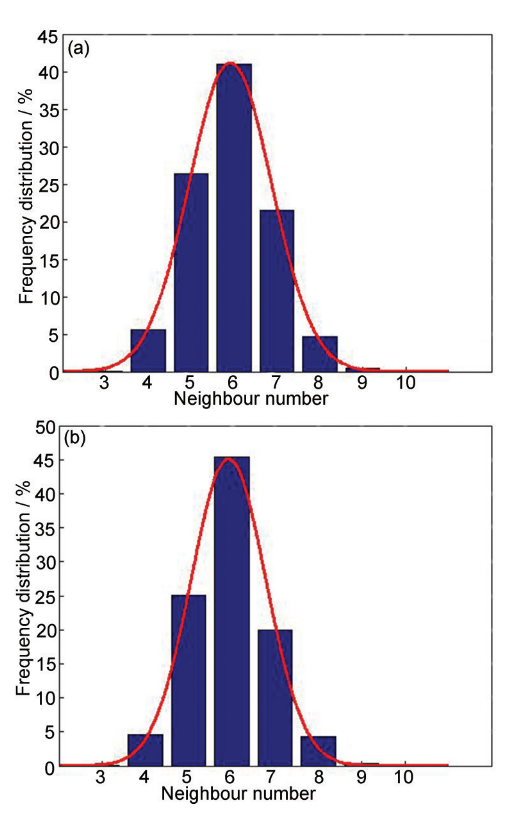


图 6 试样 No.5 和 No.10 中最近邻枝晶个数频率分布图

Fig.6 Frequency distributions of the number of nearest neighbours in the specimens No.5 (a) and No.10 (b)

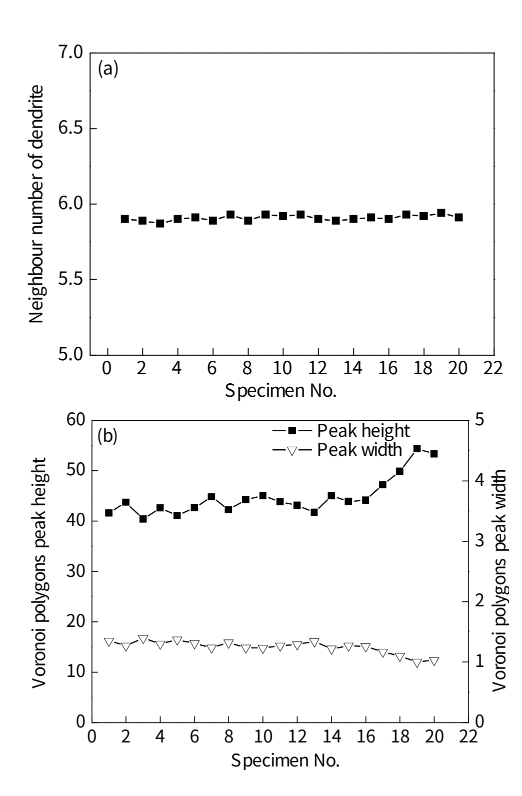


图 7 Gauss 拟合 Voronoi 多边形峰中心对应的位置以及峰高和峰宽的分布

Fig.7 Gaussian peak fitting to the Voronoi polygons of peak center (a) and peak height and peak width (b)

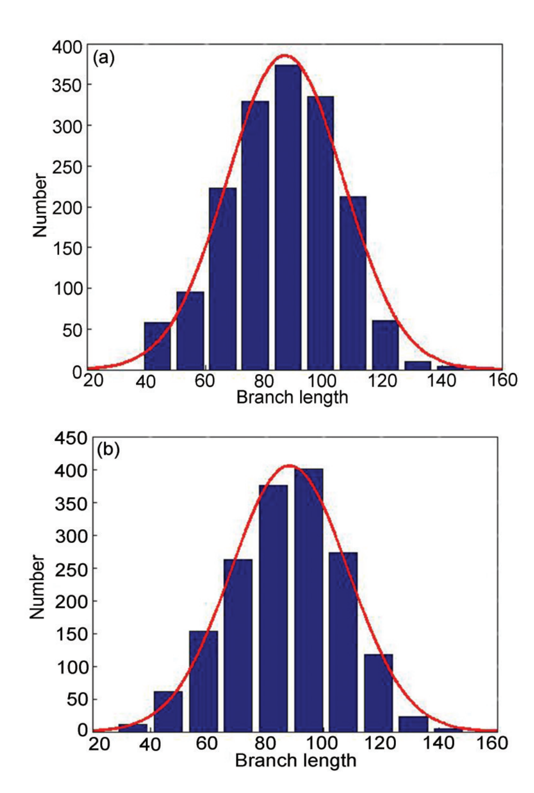


图 8 试样 No.5 和 No.10 的 MST 枝干长度分布图

Fig.8 Branch length distribution of the specimens No.5 (a) and No.10 (b) calculated by MST

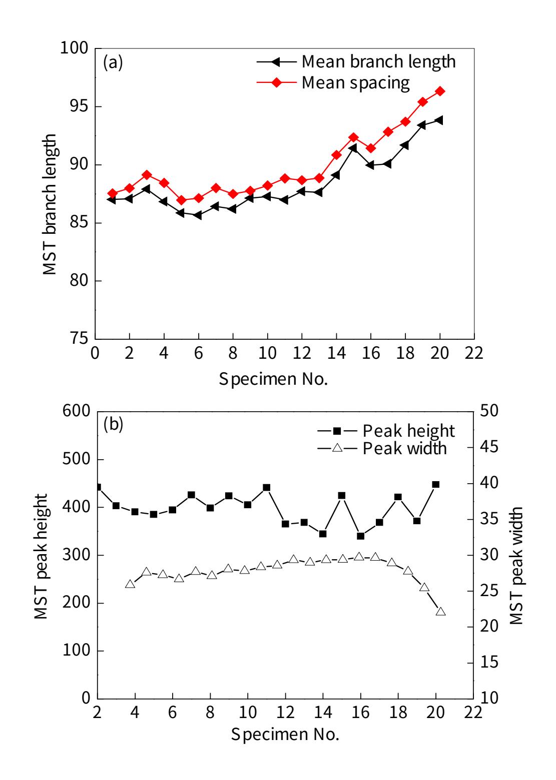


图 9 MST 树枝干平均长度及 Gauss 拟合峰中心对应的位置、峰高和峰宽的分布

Fig.9 Mean MST branch length (a) and peak height and peak width (b) with respect to the Gaussian fitting

拟合峰峰宽变化较大, 变化率达到27.54%, 即MST枝干长度分布不集中, 而且Gauss拟合峰的中心位置和峰高变化都在10%以上, 也就是说枝干长度集中区和长度数目的变化范围都较大. 此外, 将MST枝干长度从小到大排序, 并将枝干的第95%和第5%长度定义为最长和最短[22], 并对最长枝干长度与最短枝干长度的比值进行比较, 来分析组织均匀性, 发现比值变化的幅度也较大, 其中试样No.5和No.10相应比值分别为2.18和2.46. Hunt和Lu[23]建立的理论数值模型表明, 当定向凝固枝晶组织达到稳态生长时, 最长一次枝晶间距和最短一次枝晶间距的比值小于等于2. 由此可以看出, 制备的DD6高温合金凝固枝晶组织并没有达到稳定状态, 这对于枝晶组织均匀性是不利的, DD6横截面组织均匀性欠佳.

2.4 FFT对DD6单晶高温合金枝晶组织均匀性的研究

高温合金组织达到均匀分布时, 枝晶的位置、间距和大小都应该变化不大(≤10%). 为此, 组织均匀性也可借助于FFT这种反映梯度变化的方法来进行研究. 图10是采用FFT法获得的试样Nos.1, 5, 10, 15和20的频率谱, 频谱由开始的只有一个中心亮点, 随后中心亮点周围出现其他亮斑. 不同位置横截面组织的FFT频谱不同, 那么整个试样不同位置处的组织会存在一定变化, 根据这一点, 可发现图10中周围亮斑数目及方位存在变化. FFT的结果进一步说明, 随着定向凝固的进行, DD6单晶高温合金枝晶组织沿着生长方向发生调整.

枝晶组织沿着生长方向存在着演变, 可由FFT振幅的变化程度来反映. 图11是对20组试样进行FFT后所得振幅的数据统计, 变化率等于7.93%. 综合FFT的结果可知, 在整个定向凝固的过程中, 枝晶沿着生长方向变化的程度不是很大. 另外FFT方法主要还是针对枝晶排列有序度判断, 相当于Voronoi多边形方法中最近邻、次近邻枝晶数目平均分析, 也是MST平均枝干长度变化率程度的判断, 其值(7.93%)与MST分析结果(9.25%)较为一致. 表1给出了不同方法对枝晶组织均匀性的分析结果.

2.5 DD6单晶高温合金枝晶取向均匀性的研究

图12是试样Nos.1, 3和15横截面处的EBSD极图及相应的反极图, 其中12a, e和i是横截面{001}极图, 极图中心是宏观表面的轴向(*Z*轴). 从{001}极图可以看出, (001)极密度投影位于极图中心, (100)和(010)极密度投影处在极图的边缘. 综合对比Nos.1, 3和15的{001}极图, 其中(001)极密度投影全部位于极图中心附近, 即说明整个试样[001]取向与宏观轴向尽管存在一定的夹角, 但是始终保持一致. (100)和(010)极密度投影处在图的边缘, 但是不同位置处其在边缘的位置不同, 根据极图投影原理, 即试样的[001]与宏观*Z*轴得到了控制, 但是[100]和[010]并没有得到控制, 存在了某种方式的旋转, 致使不同位置处(100)和(010)极密度投影在边缘的位置不同.

试样Nos.1, 3和15的反极图进一步说明了这个问题. 试样宏观*ZO*方向的择优取向始终为[001], 而其它2个方向的择优取向不是一致的, 造成这个结

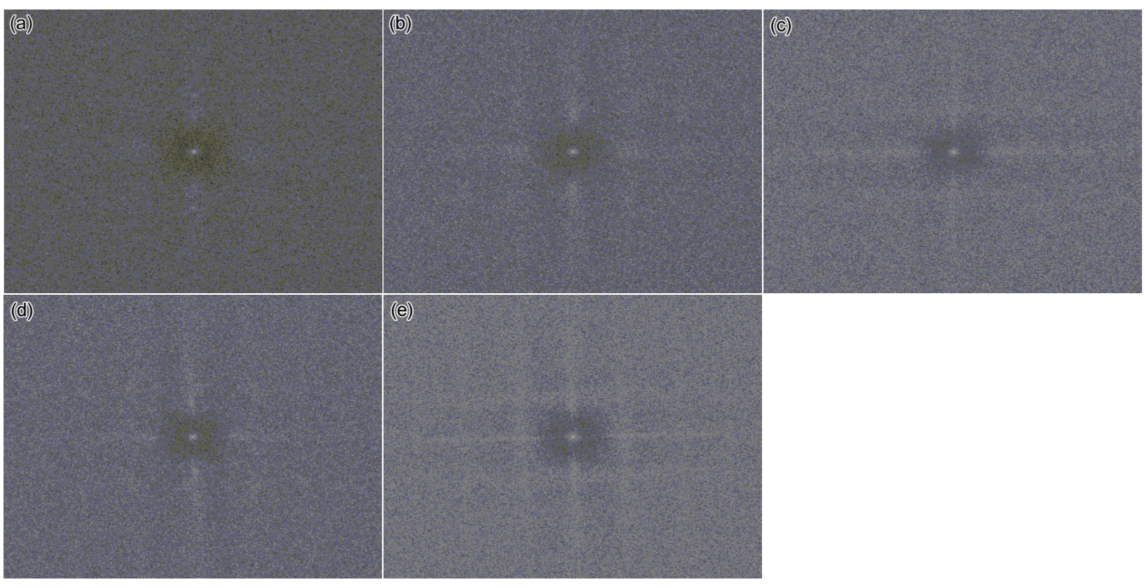


图10 试样Nos.1, 5, 10, 15, 20的横截面组织FFT频率谱

Fig.10 FFT spectra of the dendrite core of specimens No.1 (a), No.5 (b), No.10 (c), No.15 (d) and No.20 (e)

果的原因是选晶法制备单晶体只能控制一维取向, 而对于其它方向的取向尚不能得到有效控制[24].

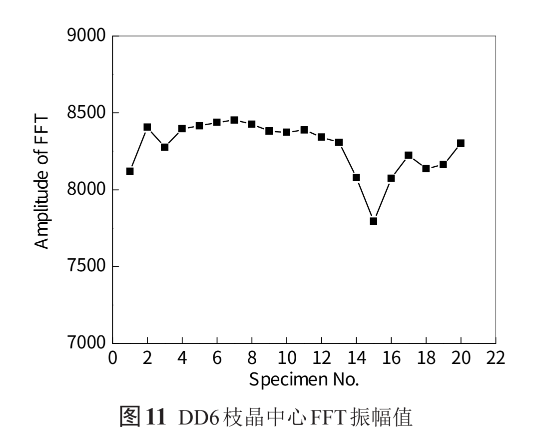


图 11　DD6 枝晶中心 FFT 振幅值

Fig.11　Amplitude values of the dendrite core of DD6 superalloy calculated by the FFT

根据不同横截面处的{001}极图, 可以计算出试样 Nos.1, 3 和 15 枝晶择优取向[001]方向与宏观轴向的夹角, 分别为7.4°, 9.2°和6.5°. 由于镍基单晶高温合金中枝晶生长具有明显的各向异性, 择优取向与轴向偏离在10°以内, 在工程上是允许的[25], 因此在该角度范围内, 认为枝晶取向比较均匀.

如图 13 所示, RO-XRD 结果为一对衍射峰, 进一步验证了试样为单晶组织[26]. 其中图 13 的[001]取向与宏观横截面的偏离角(ϕ)计算式为[26]:

$$\phi = (\theta_2 - \theta_1)/2 \tag{4}$$

式中, θ_1 和 θ_2 分别为衍射强度最高点对应的衍射角度. 由测试的结果得到了偏离角 ϕ 数值, 如表 2 所示.

从 RO-XRD 测量的结果来看, [001]取向与宏观试样横截面法向的偏离角 ϕ 在 10°以内, 这与 EBSD

表 1　DD6 横截面枝晶组织均匀性实验数据

Table1　Experimentally determined statistical measurements of the dendrite on the transverse sections of DD6 superalloy

Specimen No.	Dendrite number	Area μm²	Primary spacing μm	Voronoi polygon A_0	Voronoi polygon A_1	Voronoi polygon A_2	MST Mean branch length	MST A_0	MST A_1	MST A_2	MST Ratio	FFT amplitude
1	210	21751276.57	321.8	41.60	5.90	1.35	87.02	429.90	87.53	25.89	2.08	8117.846
2	215	21220032.87	314.1	43.74	5.89	1.27	87.07	441.80	87.98	27.62	2.06	8405.335
3	212	22488572.35	325.7	40.39	5.87	1.40	87.91	403.10	89.13	27.25	2.00	8276.027
4	203	21158138.35	322.8	42.63	5.90	1.30	86.82	390.60	88.44	26.69	2.07	8395.902
5	193	19431699.87	317.3	41.11	5.91	1.37	85.85	385.20	86.96	27.68	2.18	8413.233
6	210	22002644.94	323.6	42.67	5.89	1.31	85.66	394.50	87.13	27.13	2.08	8436.542
7	200	19719203.25	314.0	44.82	5.93	1.24	86.42	426.00	88.00	28.05	2.13	8451.840
8	192	19895756.68	321.9	42.28	5.89	1.32	86.20	398.70	87.49	27.83	2.12	8425.713
9	197	19820455.54	317.1	44.25	5.93	1.24	87.14	424.10	87.77	28.36	2.15	8380.658
10	192	20437536.55	326.2	45.05	5.92	1.23	87.28	405.30	88.22	28.57	2.46	8373.676
11	220	23248766.82	325.0	43.82	5.93	1.27	86.99	441.20	88.83	29.34	2.27	8387.368
12	213	21576577.82	318.2	43.14	5.90	1.29	87.71	365.40	88.67	29.00	2.16	8342.011
13	192	20622945.38	327.7	41.73	5.89	1.34	87.62	368.40	88.85	29.34	2.18	8306.541
14	178	19981068.01	335.0	45.03	5.90	1.22	89.12	344.50	90.85	29.41	2.15	8077.239
15	199	21659871.63	329.9	43.91	5.91	1.27	91.43	424.60	92.36	29.69	2.11	7795.426
16	205	21669559.48	325.1	44.15	5.90	1.26	89.96	340.00	91.42	29.65	2.22	8072.992
17	189	21058288.74	333.8	47.22	5.93	1.17	90.08	368.30	92.83	28.90	2.21	8223.490
18	187	21268318.61	337.2	49.87	5.92	1.10	91.69	421.80	93.70	27.73	2.08	8136.745
19	193	21429925.99	333.2	54.43	5.94	1.00	93.40	371.40	95.41	25.41	1.95	8161.441
20	210	22457648.34	327.0	53.32	5.91	1.03	93.84	447.70	96.33	22.04	1.88	8301.709
Change ratio	–	–	7.38%	31.37%	1.19%	32.03%	9.25%	26.95%	10.42%	27.54%	27.27%	7.93%

Note: A_0—Gauss peak height, A_1—Gauss peak center, A_2—Gauss peak width

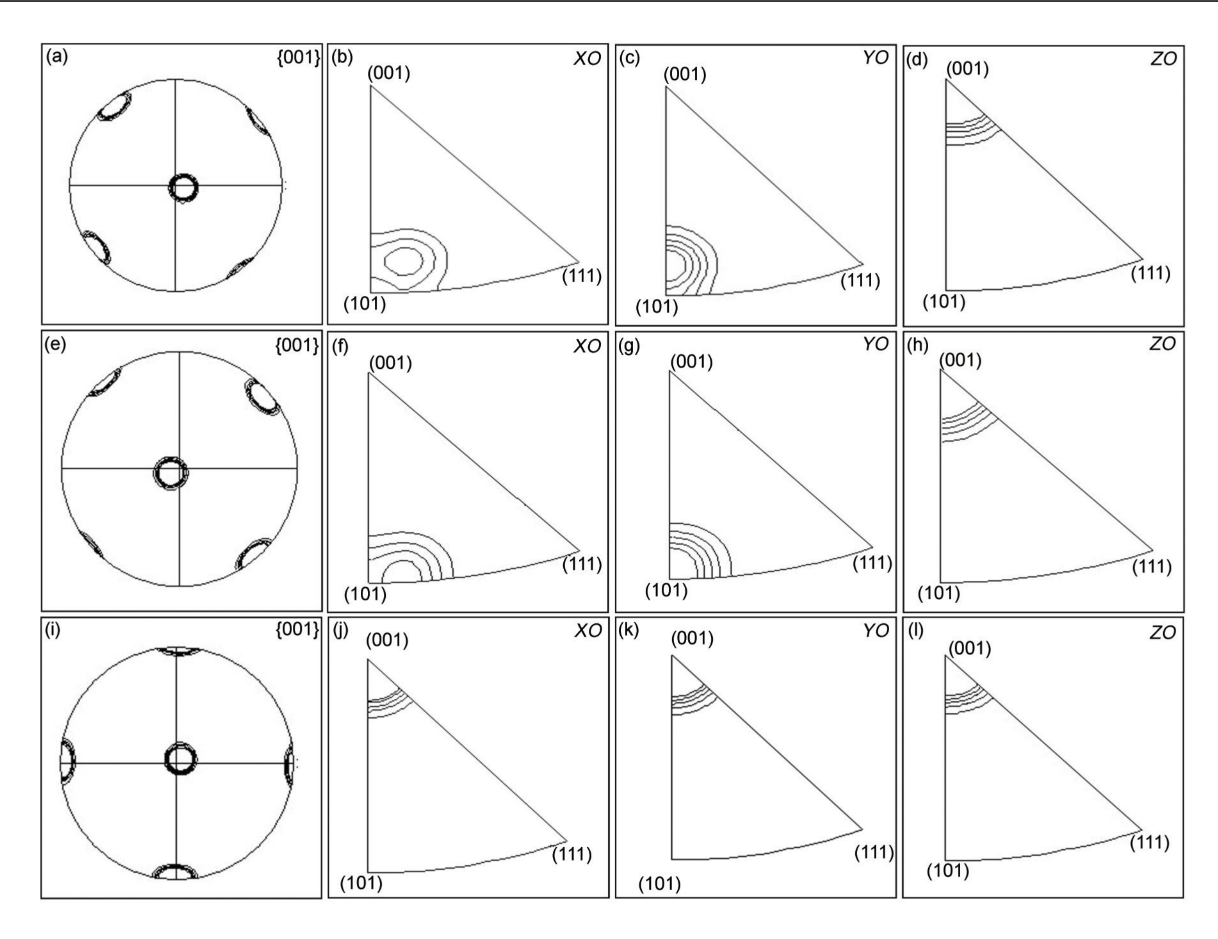


图 12 试样 Nos.1, 3 和 15 的横截面极图与反极图

Fig.12 {001} pole figures (a, e, i) and inverse pole figures (b~d, f~h, j~l) of cross-section of specimens No.1 (a~d), No.3 (e~h) and No.15 (i~l)

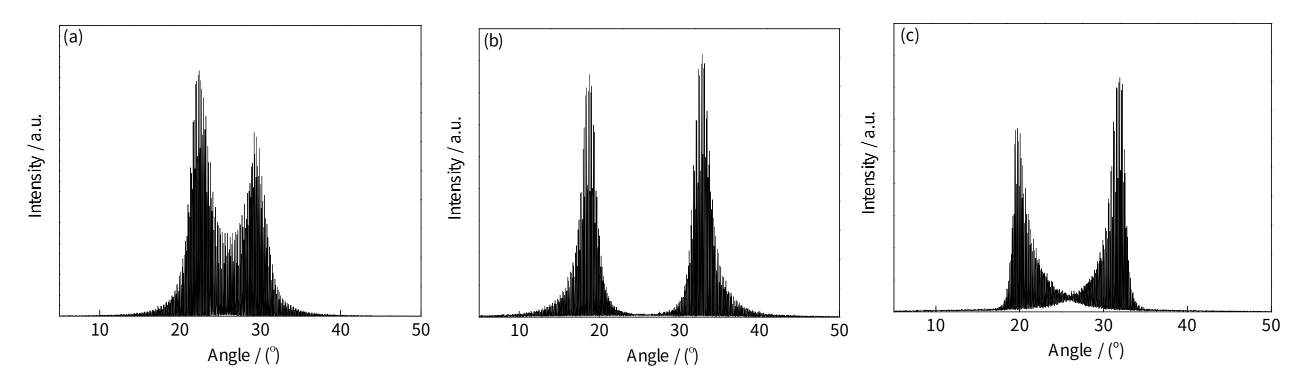


图 13 试样 Nos.1, 3 和 15 横截面[001]取向 RO-XRD 谱

Fig.13 RO-XRD patterns of (001) plane of specimens No.1 (a), No.3 (b) and No.15 (c)

计算的结果相吻合. 对比图 12 中 Nos.1, 3 和 15 的 EBSD 结果, 发现 EBSD 测量的偏离角稍大于 RO-XRD 的结果, 其原因与 RO-XRD 在计算偏离角时选用了强度最大值所对应的衍射峰有关. 从 RO-XRD 的衍射图可以看出, 包络峰较宽, 晶向有个变化区间, 即晶体微观晶面排布不完全一致, 探测器在围绕晶体旋转时, 有一定范围的晶面参加了衍射; 另一方面是单晶的衍射线很强, 不一定非要衍射晶面的法线完全处于衍射平面时, 才有衍射线出现, 而是当该晶面的法线靠近衍射平面时, 即可出现衍射线, 只是此时衍射强度较低, 反映在谱图上就是引起峰的宽化. 为了更好地解释这个现象, 对 RO-XRD 所得的衍射峰进行了 Gauss 拟合, 每个衍射图谱都是一对衍射峰, 所以选择的 Gauss 拟合公式为:

$$f(x)=a_1\exp\{-[(x-b_1)/c_1]^2\}+a_2\exp\{-[(x-b_2)/c_2]^2\} \quad (5)$$

式中, x 和 $f(x)$ 分别表示 RO-XRD 测试结果的衍射角

表 2 试样 Nos.1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, 20 的枝晶[001]方向与试样横截面轴向之间的偏离角

Table 2 Deviation angles between the dendrite [001] direction and axial direction of transverse section of specimens Nos.1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17 and 20

Specimen No.	θ_1 / (°)	θ_2 / (°)	Deviation angle / (°)
1	22.380	29.240	3.43
3	18.740	32.840	7.05
5	20.980	30.640	4.83
7	21.820	29.560	3.87
9	19.840	31.620	5.89
11	20.660	30.420	4.88
13	19.800	31.280	5.74
15	19.740	31.920	6.09
17	17.820	33.620	7.90
20	20.320	31.120	5.40

Note: θ_1 and θ_2—angles of diffraction intensity maximum

度和对应的相对强度; a_1 和 a_2 表示一对衍射峰Gauss拟合曲线的峰高; b_1 和 b_2 表示拟合曲线峰值对应的位置, 即峰的中心点; c_1 和 c_2 表示衍射峰的峰宽. 对 No.1 试样的 RO-XRD 衍射峰包络线进行Gauss拟合, 拟合的结果如图14曲线所示, 拟合得到的Gauss函数为:

$$f(x) = 1.1\times10^4 \exp\{-[(x-22.5)/1.9]^2\} + 6841\exp\{-[(x-29.3)/2.3]^2\} \tag{6}$$

其中, 拟合回归系数 R^2=0.9122.

结合Gauss拟合的结果, 其衍射谱中第1个包络峰衍射角度范围为18.7°~26.3°, 相同原理第2个包络峰的衍射角度为24.7°~33.9°. 由这2组包络峰的衍射角度, 可以计算出偏离角为(33.9–18.7)/2, 约为7.6°, 与 EBSD 测量 No.1 的偏离角(7.4°)相一致. 因此RO-XRD测量偏离角时仅使用强度最大值所对应衍射角进行计算, 导致了RO-XRD测试结果稍小于EBSD, 这一点值得研究者关注.

综合EBSD和RO-XRD的结果, 镍基单晶高温合金DD6择优取向与宏观表面的轴向(Z轴)偏离角在10°以内, 2种测试方法的结果相吻合, 因此可以认为, 本实验中获得的DD6单晶高温合金枝晶取向还是比较可靠的. 但是EBSD结果仍显示, 选晶法制备的DD6单晶高温合金Z轴的取向能很好地控制, 但在X和Y方向上仍存在取向变化, 这种变化对后续组织和材料性能仍然有一定的影响.

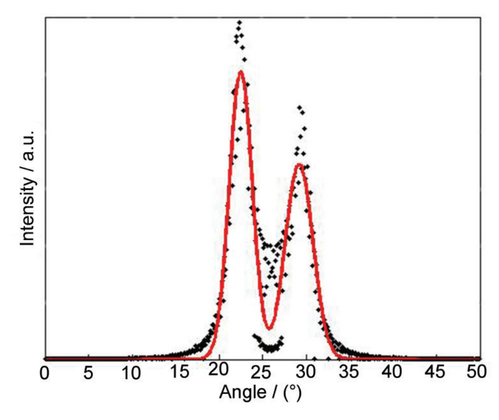


图14 Gauss拟合RO-XRD结果图

Fig.14 Gauss-amplitude fit to the RO-XRD pattern

3 结论

(1) 选晶法获得的DD6单晶高温合金中一次枝晶平均间距变化率小于10%. Voronoi多边形法研究结果表明, 最近邻枝晶个数对应在5.87~5.93之间, 变化为1.2%, 但所占比例变化率超过30%; 同时MST的枝干长度变化也比较明显, 达到26.95%, 不同位置处的FFT频谱也不同, 说明实验中选晶法获得的DD6单晶高温合金组织均匀性有待于进一步提高.

(2) 定向凝固单晶高温合金枝晶生长是一个动态的调整过程, 通过测量一次枝晶间距结合Voronoi多边形和MST法可定量表征枝晶生长过程的变化程度, 而通常采用一次枝晶平均间距来衡量凝固过程稳定性是不充分的.

(3) 对选晶法获得的DD6单晶高温合金择优取

向与轴向(Z轴)之间偏离角在10°以内, EBSD相应的结果比RO-XRD测试结果大, 这是由于RO-XRD在计算偏离角时选用了强度最大值所对应的衍射峰所致. 同时EBSD给出的结果表明, 选晶法获得的DD6单晶高温合金晶体取向仅在Z轴方向得到控制, 在X和Y方向存在变化.

参考文献

[1] Sun X F, Jin T, Zhou Y Z, Hu Z Q . *Mater China*, 2012; 31(12): 1
(孙晓峰, 金 涛, 周亦胄, 胡壮麒. 中国材料进展, 2012; 31(12): 1)
[2] Guo J T. *Materials Science and Engineering for Superalloys*. Beijing: Science Press, 2008: 1
(郭建亭. 高温合金材料学. 北京: 科学出版社, 2008: 1)
[3] Shi C X, Zhong Z Y. *Acta Metall Sin*, 2010; 46: 1281
(师昌绪, 仲增墉. 金属学报, 2010; 46: 1281)
[4] Zhang H, Xu Q Y, Shi Z X, Liu B C. *Acta Metall Sin*, 2014; 50: 345
(张 航, 许庆彦, 史振学, 柳百成. 金属学报, 2014; 50: 345)
[5] Warnken N, Reed R C. *IOP Conf Ser: Mater Sci Eng*, 2011; 27: 012012
[6] Brundidge C L, Vandrasek D, Wang B. *Metall Mater Trans*, 2012; 43A: 965
[7] Lamm M, Singer R F. *Metall Mater Trans*, 2007; 38A: 1177
[8] Zhao X B, Liu L, Yang C B, Zhang J, Li Y L, Fu H Z. *J Mater Eng*, 2012; (1): 93
(赵新宝, 刘 林, 杨初斌, 张 军, 李玉龙, 傅恒志. 材料工程, 2012; (1): 93)
[9] Han G M, Yu J J, Hu Z Q, Sun X F. *Mater Charact*, 2013; 86: 177
[10] McCartney D G, Hunt J D. *Acta Metall*, 1981; 29: 1851
[11] Tschopp M A, Miller J D, Oppedal A L, Solanki K N. *Metall Mater Trans*, 2014; 45A: 426
[12] Wilson B C, Cutler E R. *Mater Sci Eng*, 2008; A479: 356
[13] Xuan X, Xu L, Zeng C. *Adv Mater Res*, 2012; 452: 51
[14] Hu Z Q, Liu L R, Jin T, Sun X F. *Aeroengine*, 2005; 31(3): 1
(胡壮麒, 刘丽荣, 金 涛, 孙晓峰. 航空发动机, 2005; 31(3): 1)
[15] Tewari S N, Weng Y H, Ding G L, Trivedi R. *Metall Mater Trans*, 2002; 33A: 1229
[16] Guo Y H. *Probability Theory and Mathematical Statistics*. Beijing: Science Press, 2011: 99
(郭跃华. 概率论与数理统计. 北京: 科学出版社, 2011: 99)
[17] Datta A, Dutta S, Pal S K, Sen R. *J Mater Pro Tech*, 2013; 213: 2339
[18] Sweeney S M, Middleton A A. *Phys Rev*, 2013; 88(3): 1
[19] Gonzalez R C, translated by Ruan Q Q, Ruan Y Z. *Digital Image Processing*. Beijing: Publishing House of Electrionics Industry, 2007: 117
(Gonzalez R C著, 阮秋琦, 阮宇智译. 数字图像处理. 北京: 电子工业出版社, 2007: 117)
[20] Gao K, Li S M, Fu H Z. *Adv Mater Lett*, 2011; 2: 368
[21] He G, Li J G, Mao X M, Fu H Z. *J Mater Eng*, 1994; (2): 1
(何 国, 李建国, 毛协民, 傅恒志. 材料工程, 1994; (2): 1)
[22] Hui J, Tiwari R, Wu X, Tewari S N, Trivedi R. *Metall Mater Trans*, 2002; 33A: 3499
[23] Hunt D, Lu S Z. *Metall Mater Trans*, 1996; 27A: 611
[24] Liu J L. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2002
(刘金来. 中国科学院金属所博士学位论文, 沈阳, 2002)
[25] Onyszko A, Bogdanowicz W, Kubiak K. *Cryst Res Technol*, 2010; 61: 7
[26] Guo Z Q, Jin L, Li F. *J Appl Phys*, 2009; 42: 1

(责任编辑:毕淑娟)

